

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (USPTO)

DOCKET NO.: 217772 US

10/030141
531 Rec'd 28 JAN 2002

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Kou HASEGAWA, et al.

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HERewith

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/JP01/04483

INTERNATIONAL FILING DATE: May 29, 2001

FOR: POLISHING BODY

REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119
AND THE INTERNATIONAL CONVENTION

Assistant Commissioner for Patents
Washington, D.C. 20231

Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NO</u>	<u>DAY/MONTH/YEAR</u>
Japan	2000-161519	31 May 2000

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/JP01/04483.

Respectfully submitted,
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon
Attorney of Record
Registration No. 24,618
Surinder Sachar
Registration No. 34,423



22850

(703) 413-3000
Fax No. (703) 413-2220
(OSMMN 1/97)

1-1-68 0 10 1
1-1-68 0 10 1

国際調査報告

(法8条、法施行規則第40、41条)
[PCT18条、PCT規則43、44]

出願人又は代理人 の書類記号 FP0173PC-JS	今後の手続きについては、国際調査報告の送付通知様式(PCT/ISA/220)及び下記5を参照すること。	
国際出願番号 PCT/JPO1/04483	国際出願日 (日.月.年) 29.05.01	優先日 (日.月.年) 31.05.00
出願人 (氏名又は名称) ジェイエスアール株式会社		

国際調査機関が作成したこの国際調査報告を法施行規則第41条(PCT18条)の規定に従い出願人に送付する。
この写しは国際事務局にも送付される。

この国際調査報告は、全部で 3 ページである。

☐ この調査報告に引用された先行技術文献の写しも添付されている。

1. 国際調査報告の基礎

a. 言語は、下記に示す場合を除くほか、この国際出願がされたものに基づき国際調査を行った。

☐ この国際調査機関に提出された国際出願の翻訳文に基づき国際調査を行った。

b. この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでおり、次の配列表に基づき国際調査を行った。

☐ この国際出願に含まれる書面による配列表

☐ この国際出願と共に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出された書面による配列表

☐ 出願後に、この国際調査機関に提出されたフレキシブルディスクによる配列表

☐ 出願後に提出した書面による配列表が出願時における国際出願の開示の範囲を超える事項を含まない旨の陳述書の提出があった。

☐ 書面による配列表に記載した配列とフレキシブルディスクによる配列表に記載した配列が同一である旨の陳述書の提出があった。

2. ☐ 請求の範囲の一部の調査ができない(第I欄参照)。

3. ☐ 発明の単一性が欠如している(第II欄参照)。

4. 発明の名称は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 次に示すように国際調査機関が作成した。

5. 要約は ☒ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 第III欄に示されているように、法施行規則第47条(PCT規則38.2(b))の規定により国際調査機関が作成した。出願人は、この国際調査報告の発送の日から1カ月以内にこの国際調査機関に意見を提出することができる。

6. 要約書とともに公表される図は、

第 _____ 図とする。 ☐ 出願人が示したとおりである。

☒ なし

☐ 出願人は図を示さなかった。

☐ 本図は発明の特徴を一層よく表している。



A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ B24D3/20, B24D3/00 340

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ B24D3/20, B24D3/00 340

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1920-2001年

日本国公開実用新案公報 1971-2001年

日本国実用新案登録公報 1996-2001年

日本国登録実用新案公報 1994-2001年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X Y	JP 2-262965 A (谷 泰弘), 25. 10月. 1990 (25. 10. 90), 特許請求の範囲, 第1図 (ファミリーなし)	1-6 7-11
X Y A	JP 10-6231 A (株式会社電子資材開発研究所), 13. 1月. 1998 (13. 01. 98), 第2頁第2欄第13行-第36行, 第3図 (ファミリーなし)	1 2-4, 6-9, 11 5, 10
Y A	JP 6-254769 A (田岡化学工業株式会社), 13. 9月. 1994 (13. 09. 94), 第4頁第5欄第2行-第7	7-11 1-6

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

28. 08. 01

国際調査報告の発送日

11.09.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

田村 耕作



3C

9618

電話番号 03-3581-1101 内線 3324



C (続き) 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
	行 (ファミリーなし)	
Y	J P 3-281172 A (三菱重工業株式会社), 11. 1 2月. 1991 (11. 12. 91), 全文 (ファミリーなし)	3, 4, 9
A	J P 11-198045 A (東ソー株式会社), 27. 7 月. 1999 (27. 07. 99), 第5頁第8欄第33行-第4 9行 (ファミリーなし)	1-11
EA	J P 2000-301461 A (株式会社日平トヤマ), 3 1. 10月. 2000 (31. 10. 00), 特許請求の範囲 (フ ァミリーなし)	1-11



98 Rec'd PCT/PTO 28 JAN 2002

U.S. DEPARTMENT OF COMMERCE PATENT AND TRADEMARK OFFICE

ATTORNEY DOCKET NUMBER

217772US PCT

APPLICATION NO. (IF KNOWN, SEE 37 CFR

10/030141

ORJTY DATE CLAIMED

31 MAY 2000

Following items and other information:

Under 35 U.S.C. 371.

71(f). The submission must include items (5),

the priority date (Article 31).

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER, & NEUSTADT, P.C.
CRYSTAL SQUARE FIVE-SUITE 400
1755 JEFFERSON DAVIS HWY
ARLINGTON, VA 22202

FIRST UNION NATIONAL BANK
VIENNA, VA
68-760/560

26162
261622
0868

ONE THOUSAND ONE HUNDRED FOUR AND 00/100 DOLLARS

DATE
1/28/02

AMOUNT \$1,104.00

COMMISSIONER OF PATENTS & TRADEMARKS

217772US

NEW US PCT APPLICATION

VOID IF NOT CASHED WITHIN 90 DAYS

AUTHORIZED SIGNATURE

261622 056007604 2065173481544

The U.S. Patent Office stamp affixed hereinbelow indicates the filing date and Serial Number for the following application:

R 3.28 and 3.31 is included.

OSMM&N DOCKET: 217772US0PCT

Inventor: Kou HASEGAWA, et al.

nd 35 U.S.C. 1.821 - 1.825.

Title: POLISHING BODY

35 U.S.C. 154(d)(4).

NFO/cak

10/030141

This is NOT a filing receipt! Please retain for ADVANCE NOTICE SERIAL NUMBER.

PCTUS1/REV03

98 Rec'd PCT/PTO 28 JAN 2002



...

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

NOTICE INFORMING THE APPLICANT OF THE
COMMUNICATION OF THE INTERNATIONAL
APPLICATION TO THE DESIGNATED OFFICES

(PCT Rule 47.1(c), first sentence)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

KOJIMA, Seiji
Atsuta Daidoseimei-Building 2F
7-26, Jingu 3-chome
Atsuta-ku, Nagoya-shi
Aichi 456-0031
JAPON

Date of mailing (day/month/year) 06 December 2001 (06.12.01)		IMPORTANT NOTICE	
Applicant's or agent's file reference FP0173PC-JS			
International application No. PCT/JP01/04483	International filing date (day/month/year) 29 May 2001 (29.05.01)	Priority date (day/month/year) 31 May 2000 (31.05.00)	
Applicant JSR CORPORATION et al			

1. Notice is hereby given that the International Bureau has **communicated**, as provided in Article 20, the international application to the following designated Offices on the date indicated above as the date of mailing of this notice:
KR,US

In accordance with Rule 47.1(c), third sentence, those Offices will accept the present notice as conclusive evidence that the communication of the international application has duly taken place on the date of mailing indicated above and no copy of the international application is required to be furnished by the applicant to the designated Office(s).

2. The following designated Offices have waived the requirement for such a communication at this time:
EP,JP

The communication will be made to those Offices only upon their request. Furthermore, those Offices do not require the applicant to furnish a copy of the international application (Rule 49.1(a-bis)).

3. Enclosed with this notice is a copy of the international application as published by the International Bureau on
06 December 2001 (06.12.01) under No. WO 01/91975

REMINDER REGARDING CHAPTER II (Article 31(2)(a) and Rule 54.2)

If the applicant wishes to postpone entry into the national phase until 30 months (or later in some Offices) from the priority date, a **demand for international preliminary examination** must be filed with the competent International Preliminary Examining Authority before the expiration of 19 months from the priority date.

It is the applicant's sole responsibility to monitor the 19-month time limit.

Note that only an applicant who is a national or resident of a PCT Contracting State which is bound by Chapter II has the right to file a demand for international preliminary examination (at present, all PCT Contracting States are bound by Chapter II).

REMINDER REGARDING ENTRY INTO THE NATIONAL PHASE (Article 22 or 39(1))

If the applicant wishes to proceed with the international application in the **national phase**, he must, within 20 months or 30 months, or later in some Offices, perform the acts referred to therein before each designated or elected Office.

For further important information on the time limits and acts to be performed for entering the national phase, see the Annex to Form PCT/IB/301 (Notification of Receipt of Record Copy) and the PCT Applicant's Guide, Volume II.

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland Facsimile No. (41-22) 740.14.35	Authorized officer J. Zahra Telephone No. (41-22) 338.91.11
--	---



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/04483

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl⁷ B24D3/20, B24D3/00, 340

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ B24D3/20, B24D3/00, 340

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1920-2001 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2001
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2001 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2001

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2-262965 A (Yasuhiro TANI),	1-6
Y	25 October, 1990 (25.10.90), Claims; Fig. 1 (Family: none)	7-11
X	JP 10-6231 A (Denshi Shizai Kaihatsu Kenkyusho K.K.),	1
Y	13 January, 1998 (13.01.98),	2-4, 6-9, 11
A	page 2, column 2, lines 13 to 36; Fig. 3 (Family: none)	5, 10
Y	JP 6-254769 A (Taoka Chemical Company, Limited),	7-11
A	13 September, 1994 (13.09.94), page 4, column 5, lines 2 to 7 (Family: none)	1-6
Y	JP 3-281172 A (Mitsubishi Heavy Industries, Ltd.),	3, 4, 9
	11 December, 1991 (11.12.91), Full text (Family: none)	
A	JP 11-198045 A (Tosoh Corporation),	1-11
	27 July, 1999 (27.07.99), page 5, column 8, lines 33 to 49 (Family: none)	

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to
"A" document defining the general state of the art which is not	understand the principle or theory underlying the invention
considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be
"E" earlier document but published on or after the international filing	considered novel or cannot be considered to involve an inventive
date	step when the document is taken alone
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be
cited to establish the publication date of another citation or other	considered to involve an inventive step when the document is
special reason (as specified)	combined with one or more other such documents, such
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other	combination being obvious to a person skilled in the art
means	"&" document member of the same patent family
"P" document published prior to the international filing date but later	
than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
28 August, 2001 (28.08.01)

Date of mailing of the international search report
11 September, 2001 (11.09.01)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.



11

12

13

14

15

16

17

18

19

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/04483

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
EA	JP 2000-301461 A (Nippei Toyama Corporation), 31 October, 2000 (31.10.00), Claims (Family: none)	1-11

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2001 年 12 月 6 日 (06.12.2001)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 01/91975 A1

- (51) 国際特許分類⁷: B24D 3/20, 3/00 Hozumi) [JP/JP]. 石川 理 (ISHIKAWA, Osamu) [JP/JP]. 保坂 幸生 (HOSAKA, Yukio) [JP/JP]; 〒104-8410 東京都中央区築地二丁目11番24号 ジェイエスアール株式会社内 Tokyo (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP01/04483
- (22) 国際出願日: 2001 年 5 月 29 日 (29.05.2001)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2000-161519 2000 年 5 月 31 日 (31.05.2000) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): ジェイエスアール株式会社 (JSR CORPORATION) [JP/JP]; 〒104-8410 東京都中央区築地二丁目11番24号 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 弁理士 小島清路 (KOJIMA, Seiji); 〒456-0031 愛知県名古屋市中区熱田区神宮三丁目7番26号 熱田大同生命ビル2階 Aichi (JP).
- (81) 指定国 (国内): JP, KR, US.
- (84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告書
— 補正書・説明書
- (72) 発明者; および
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 長谷川 亨 (HASEGAWA, Kou) [JP/JP]. 佐藤 穂積 (SATOU,
- 2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: ABRASIVE MATERIAL

(54) 発明の名称: 研磨体

(57) Abstract: An abrasive material which is especially excellent in the dispersion of abrasive grains even when the grains are contained in a large amount, and which has stable polishing properties and is effective in diminishing scratches. The abrasive material comprises a polishing part which can be obtained by introducing given amounts of butadiene, styrene, methyl methacrylate, itaconic acid, acrylic acid, α -methylstyrene dimer, and t-dodecyl mercaptan into an autoclave, reacting them at 75°C for 16 hours to obtain an emulsion of a copolymer, adjusting the pH of this emulsion to 8.5, adding thereto a cerium oxide powder having an average primary-particle diameter of 0.3 μ m, stirring the resultant mixture to obtain an aqueous dispersion, thinly spreading this aqueous dispersion on a film, drying it, and then pressing the resultant dry mixture with a mold press. The polishing part may have a crosslinked structure. The abrasive material is suitable for use as, e.g., a polishing pad for polishing the surface of, e.g., a semiconductor wafer.

[続葉有]

WO 01/91975 A1



(57) 要約:

本発明は、多量の砥粒を含有した場合であっても砥粒の分散性に特に優れ、安定した研磨性を発揮し、スクラッチを効果的に低減できる研磨体を提供することを目的とする。本発明の研磨体を構成する研磨部は、所定量のブタジエン、スチレン、メチルメタクリレート、イタコン酸、アクリル酸、 α -[メチルスチレンダイマー、 t -ドデシルメルカプタンをオートクレープに投入し、75℃で16時間反応させて、共重合体が分散されたエマルションを得、このエマルションをpH 8.5に調節した後、一次平均粒径0.3 μ mの酸化セリウム粉末を投入して攪拌して水系分散体を得、さらにこの水系分散体をフィルム上に薄く伸ばして乾燥させ、得られた乾燥物をモールドプレスして得ることができる。また、上記研磨部は架橋構造を有するものとしてすることができる。本発明の研磨体は、半導体ウエハ等の表面を研磨する研磨パッド等に好適に利用できる。

明 細 書

研磨体

技術分野

本発明は、研磨体に関する。更に詳しくは、研磨体中における砥粒が極めて良好に分散された研磨体に関する。本発明の研磨体は、半導体ウエハ等の表面を研磨する研磨パッド等に好適に利用できる。

背景技術

従来より、半導体ウエハの表面を研磨するためにCMP (Chemical Mechanical Polishing) と称される方法が使用されている。このCMPは、ウエハ等の被研磨面を盤状の研磨パッドに押圧しながら摺動させ、同時に砥粒が分散されたスラリー（水分散体）をこの研磨パッド上に流下させることにより行う。しかし、高い圧力により押圧される被研磨面と研磨パッドの研磨面との間に、上方から流下されるスラリーを確実に供給することは難しく、実際に機能する研磨剤は供給された全量の1%に満たないともいわれている。しかも、このスラリーは高価であり、また、使用済みスラリーの処理には更に多大なコストを必要とする。

また、特開平5-222356号公報、特開平8-294869号公報、特開平10-329032号公報、特開平11-151659号公報、特開平11-188647号公報等において砥粒を含有する研磨体等が開示されている。しかし、いずれにおいてもスクラッチを十分に防止することは困難であると考えられる。

発明の開示

本発明は上記問題を解決することのできるものであり、研磨体中における砥粒が極めて良好に分散されている研磨体であり、研磨において研磨性能が安定しており、且つスクラッチを効果的に低減できる研磨体を提供することを目的とする。

本発明は、上記目的を達成するものであり、以下に挙げられる。

1. マトリックス材と砥粒とが各々分散されて含まれている水系分散体が固化されてなる研磨部を備えることを特徴とする研磨体。

2. 半導体の研磨に用いられる、上記1に記載の研磨体

尚、上記研磨部は、上記水系分散体を乾燥し、この乾燥物を成形して得られたものとしてすることができる。上記水系分散体は、マトリックス材が分散されたエマルジョンに砥粒を分散させて得られたものとしてすることができる。上記乾燥物は、上記水系分散体がスプレードライ法で得られたものとしてすることができる。上記研磨部は板状であり、該研磨部の一方の面に支持部が積層されているものとしてすることができる。

3. マトリックス材に砥粒が付着した複合粒子が分散されて含まれている水系分散体が固化されてなる研磨部を備えることを特徴とする研磨体。

4. 上記水系分散体には、更にマトリックス材及び／又は砥粒が分散されて含まれている、上記3に記載の研磨体。

5. マトリックス材と砥粒とは、各ゼータ電位が逆符号であり、該ゼータ電位の差が5 mV以上である、上記3に記載の研磨体。

6. 半導体の研磨に用いられる、上記3に記載の研磨体

尚、上記研磨部は、上記水系分散体を乾燥し、この乾燥物を成形して得られたものとしてすることができる。上記水系分散体は、マトリックス材が分散されたエマルジョンに砥粒を分散させて得られたものとしてすることができる。上記乾燥物は、上記水系分散体がスプレードライ法で得られたものとしてすることができる。上記研磨部は板状であり、該研磨部の一方の面に支持部が積層されているものとしてすることができる。

7. 架橋可能な重合体からなるマトリックス材と砥粒とが各々分散されて含まれている水系分散体が固化されてなり、且つ架橋構造を有する研磨部を備えることを特徴とする研磨体。

8. 半導体の研磨に用いられる上記7に記載の研磨体

尚、上記研磨部は、上記水系分散体を乾燥し、この乾燥物を成形して得られたものとしてすることができる。上記水系分散体は、マトリックス材が分散されたエマ

ルションに砥粒を分散させて得られたものとすることができる。上記乾燥物は、上記水系分散体がスプレードライ法で得られたものとすることができる。上記研磨部は板状であり、該研磨部の一方の面に支持部が積層されているものとすることができる。

9. 架橋可能な重合体からなるマトリックス材に砥粒が付着した複合粒子が分散されて含まれている水系分散体が固化されてなり、且つ架橋構造を有する研磨部を備えることを特徴とする研磨体。

10. マトリックス材と砥粒とは、各ゼータ電位が逆符号であり、該ゼータ電位の差が5 mV以上である、上記9に記載の研磨体。

11. 半導体の研磨に用いられる、上記10に記載の研磨体

尚、上記研磨部は、上記水系分散体を乾燥し、この乾燥物を成形して得られたものとすることができる。上記水系分散体には、更にマトリックス材及び／又は砥粒が分散されて含まれているものとすることができる。上記水系分散体は、マトリックス材が分散されたエマルションに砥粒を分散させて得られたものとすることができる。上記乾燥物は、上記水系分散体がスプレードライ法で得られたものとすることができる。上記研磨部は板状であり、該研磨部の一方の面に支持部が積層されているものとすることができる。

本発明の研磨体によると、多量の砥粒を含有する場合にも砥粒が極めて良好に分散されているため、研磨性能が安定しており、スクラッチを効果的に低減できる。

また、他の発明である架橋構造を有する研磨部を備える研磨体においては、切削加工時の熱による変質は生じにくいため、切削品であっても優れた研磨速度を有する。従って、この研磨体においては、研磨性能を低下させることなく、厚みばらつきを小さくする加工や、溝加工などの切削加工をより容易に行うことができる。

更に、他の本発明の研磨体は、スプレードライ法を用いて得られた造粒品を用いて製造された研磨部を用いるので、粉体の粒径分布を小さく均一にすることができる。従って、粉体成形を行う際の金型への充填量が安定し、個々の成形品の重量

ばらつきが低減され、また、研磨体中の粗密のばらつきが抑えられ、研磨毎の研磨性能が安定する。

以下、本発明を更に詳しく説明する。

本発明の研磨体は、マトリックス材と砥粒とが各々分散されて含まれている水系分散体が固化されてなる研磨部を備えることを特徴とする。

また、他の本発明の研磨体は、マトリックス材に砥粒が付着した複合粒子が分散されて含まれている水系分散体が固化されてなる研磨部を備えることを特徴とする。更に、この複合粒子を含有する水系分散体には、更にマトリックス材及び／又は砥粒が分散されて含まれていてもよい。

即ち、本発明の研磨体は、（１）マトリックス材と砥粒とが含有され、別々に分散されている水系分散体、（２）複合粒子が含有され、分散されている水系分散体、（３）複合粒子と砥粒とが含有され、分散されている水系分散体、（４）複合粒子とマトリックス材とが含有され、分散されている水系分散体、（５）複合粒子とマトリックス材と砥粒とが含有され、分散されている水系分散体、のいずれかの水系分散体を固化して得られる。

上記「マトリックス材」は、本発明の研磨体において砥粒を保持するマトリックス相を構成する材料であり、１種又は２種以上の成分から構成される。マトリックス材としては、単独重合体や共重合体（ゴム、樹脂、熱可塑性エラストマー等）を用いることができ、架橋されていても、未架橋（架橋可能なものを含む。）であっても良い。例えば、ジエン系共重合体、スチレン系共重合体、（メタ）アクリル系樹脂、アクリル系共重合体、ポリオレフィン系樹脂、オレフィン系共重合体、エポキシ系樹脂、フェノール系樹脂、ポリイミド系樹脂等を用いることができる。これらのうち、（メタ）アクリル系樹脂、アクリル系共重合体、ポリオレフィン系樹脂、オレフィン系共重合体等は熱可塑性樹脂は、通常、架橋せず使用する。また、硬化前のエポキシ系樹脂、フェノール系樹脂、ポリイミド系樹脂、ジエン系共重合体等は架橋可能で且つ未架橋のマトリックス材である。更に、この架橋可能なものを架橋させたもの〔例えば、硬化後の熱硬化性樹脂（硬化後エポキシ系樹脂、硬化後フェノール系樹脂、硬化後ポリイミド系樹脂）、架

橋後ジエン系共重合体等]等は、架橋されたマトリックス材である。これらのマトリックス材は、水系分散体中において平均粒径が $10\mu\text{m}$ 以下（より好ましくは $0.3\sim 3\mu\text{m}$ ）の粒子として分散されていることが好ましい。

特に、上記「マトリックス材」としては、架橋可能な重合体（オリゴマーを含む。）を含み、上記研磨部には、その架橋可能な重合体が架橋された架橋構造が形成されていることが好ましい。この場合、例えば、架橋可能なマトリックス材は、水系分散体の固化において、未架橋の状態で水系分散体に分散させ、水系分散体を固化する工程中に、又は固化した後にマトリックス材を架橋することができる。この架橋を行う場合、架橋可能なオリゴマー等を架橋剤なしで架橋させることもできるし、架橋剤を水系分散体に配合させておき架橋剤により架橋させることもできる。これらの場合は常温で反応させて架橋させたり、加熱して架橋させたりすることもできる。また、未架橋の熱可塑性樹脂に放射線等を照射することにより架橋させることもできる。このように架橋構造を有する研磨部を備えることにより、切削加工時の熱による表面変質が生じにくい。そのため、研磨性能を低下させることなく、厚みばらつきを小さくする表面加工や、溝加工などの切削加工をより容易に行うことができる。

この際、架橋されない成分を架橋可能な成分と併用しても良い。この場合の架橋可能な成分は、架橋可能な成分と架橋されない成分との合計に対して、 15 質量%以上、より好ましくは 40 質量%以上である。架橋可能成分が 15 質量%未満では、表面変質を抑える効果が低下するので好ましくない。

尚、水系分散体の固化において、マトリックス材が架橋重合体又は架橋共重合体等であるために加熱等により一体化することが困難である場合は、バインダを用いてマトリックス材を接着することができる。このバインダとは上記マトリックス材と同様な共重合体及び／又は樹脂を使用できる。特にマトリックス材とバインダとの親和性がよいものを選択することが好ましい。このバインダとしては、エポキシ系樹脂、フェノール系樹脂、ポリイミド系樹脂、スチレン系樹脂、アクリル系樹脂、オレフィン系樹脂等を挙げることができる。

架橋構造を有する上記マトリックス材も、水系分散体中において平均粒径が $10\mu\text{m}$ 以下（より好ましくは $0.3\sim 3\mu\text{m}$ ）の粒子として分散されていること

が好ましい。

上記「砥粒」は、機械研磨作用及び／又は化学研磨作用を主として有する粒子である。このような砥粒としては、酸化セリウム、シリカ、アルミナ、酸化チタン、酸化クロム、二酸化マンガ、三酸化ニマンガ、酸化鉄、酸化ジルコニウム、炭化ケイ素、炭化ホウ素、ダイヤモンド、炭酸バリウム等の粒子を挙げることができる。中でも、水との親和性がよいため酸化セリウム、シリカ、アルミナ等を用いることが好ましい。とりわけ、酸化セリウムはエマルションに対して分散性がよいため、より好ましい。

また、使用する砥粒の平均粒径は、 $0.001 \sim 100 \mu\text{m}$ （好ましくは $0.005 \sim 50 \mu\text{m}$ 、より好ましくは $0.005 \sim 10 \mu\text{m}$ 、更に好ましくは $0.01 \sim 1 \mu\text{m}$ ）であることが好ましい。この平均粒径が $0.001 \mu\text{m}$ 未満であると研磨力が低下する傾向にある。一方、 $100 \mu\text{m}$ を越えると使用する砥粒が大き過ぎるためにスクラッチを生じ易くなる傾向にある。尚、砥粒は研磨体内においても上記の好ましい範囲の粒径で含有されることが好ましい。

上記「複合粒子」は、上記マトリックス材に上記砥粒が付着（マトリックス材の表面に限られない）した粒子である。

この付着させる方法は特に限定されなが、例えば、pH調節等によりゼータ電位を変化させて静電的に付着させることができる。この場合、マトリックス材と砥粒とはゼータ電位が逆符号であり、且つゼータ電位の差が 5 mV 以上（好ましくは 10 mV 以上、より好ましくは 20 mV 以上、特に好ましくは 30 mV 以上）であることが好ましい。このためには、上記のような好ましい符号及び電位差を呈することができるマトリックス材と砥粒とを選択すればよい。また、マトリックス材にはカルボキシル基、スルホン酸基、アミノ基、硫酸エステル基、リン酸エステル基、エーテル結合部及びエステル結合部等の少なくとも1種を適宜導入することで、更にゼータ電位を所望の値（よりマイナス側の値）に近づけ易くすることもできる。即ち、マトリックス材のゼータ電位は、全pH域、或いは低pH域を除く広範な領域に渡って負であることが多いが、カルボキシル基、スル

ホン酸基等を有するマトリックス材とすることによって、確実に負のゼータ電位を有するマトリックス材とすることができる。また、アミノ基等を有するマトリックス材とすることにより、特定のpH域において正のゼータ電位を有するマトリックス材とすることもできる。一方、砥粒のゼータ電位はpH依存性が高く、この電位が0となる等電点を有し、その前後でゼータ電位の符号が逆転する。従って、特定のマトリックス材と砥粒とを組み合わせ、それらのゼータ電位が逆符号となるpH域で混合することによって、静電力によりマトリックス材と砥粒とを一体に複合化することができる。また、混合時、ゼータ電位が同符号であっても、その後、pHを変化させ、ゼータ電位を逆符号とすることによって、マトリックス材と砥粒とを一体とすることもできる。

尚、砥粒を付着させた後、砥粒の脱離を防止するために、複合粒子表面をシランカップリング剤等の重縮合物により覆うこともできる。この重縮合体は必ずしも複合粒子に化学的に結合される必要はなく、特に、三次元的に成長した重縮合体が、複合粒子の表面に物理的に保持されている状態であってもよい。例えば、この被覆された複合粒子としては、静電力により一体に複合化された粒子の存在下、所定のシランカップリング剤、更には所定のアルコキシシラン、アルミニウムアルコキシド、チタンアルコキシド等を重縮合させ、この粒子の少なくとも表面に、更にポリシロキサン等が結合されて複合化されてなるものを使用することもできる。

上記「水系分散体」の分散媒は水のみであっても、水以外の分散媒を含有する混合分散媒であってもよい。混合分散媒の場合、水の含有率は10質量%以上（より好ましくは20質量%以上）であることが好ましい。混合分散媒に含まれる水以外の分散媒としては、例えば、非プロトン性極性溶媒、エステル類、ケトン類、フェノール類、アルコール類、アミン類等の他の分散媒を挙げることができる。尚、分散媒は、水系分散体の調製時には蒸散し過ぎず且つ除去が容易であることから、沸点が60～200℃（好ましくは60～160℃）のものをを用いることが好ましい。

この水系分散体の固形分濃度は1～80質量%（より好ましくは10～60質

量%)であることが好ましい。80質量%を超えると水系分散体の分散安定性が低下する傾向にあり、沈殿を生じることがあるため好ましくない。

また、水系分散体は、マトリックス材が分散されたエマルジョンに砥粒が分散されてなることが好ましい。エマルジョンに砥粒を分散されることで特に砥粒の分散性がよい研磨体を得ることができる。分散させる方法は特に限定されず、例えば、乳化重合、懸濁重合等により得られたマトリックス材を含有するエマルジョンと、砥粒が分散された分散体とを混合することにより得ることができる。更に、エマルジョン中に砥粒を直接分散させて得ることもできる。

マトリックス材が分散されたエマルジョンを得る方法は特に限定されず、乳化重合、懸濁重合等により得られる。その他、予め得られたマトリックス材を溶剤等により溶解させた後、この溶液を分散させて得ることもできる。

水系分散体には、分散媒、マトリックス材、砥粒及び複合粒子以外にも、例えば、前記のようなバインダの他、界面活性剤、加硫剤、加硫促進剤、架橋剤、架橋促進剤、充填剤、発泡剤、空隙を形成する中空粒子（膨張性、非膨張性）、軟化剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、帯電防止剤、可塑剤等を必要に応じて含有させることができる。その他、従来よりCMPに用いられるスラリーに含有される酸化剤、アルカリ金属の水酸化物、酸、pH調整剤、多価金属イオン（キレート剤）及びスクラッチ防止剤等を含有させることもできる。

上記界面活性剤としては、カチオン系、アニオン系及び非イオン系のいずれも使用することができる。カチオン系界面活性剤としては、脂肪族アミン塩、脂肪族アンモニウム塩等が挙げられる。また、アニオン系界面活性剤としては、脂肪酸石鹸、アルキルエーテルカルボン酸塩等のカルボン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩等が挙げられる。非イオン系界面活性剤としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル等のエーテル型、グリセリンエステル、ポリオキシエチレンエーテル等のエーテルエステル型、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、グリセリンエステル、ソルビタンエステル等のエステル型などが挙げられる。スクラッチの発生を抑える効果が大きい点において非イオン系界面活性剤が好ましい。

上記酸化剤としては、過酢酸、過安息香酸、tert-ブチルヒドロパーオ

キサイド、過酸化水素等の有機過酸化物、過マンガン酸カリウム等の過マンガン酸化合物、重クロム酸カリウム等の重クロム酸化合物、ヨウ素酸カリウム等のハロゲン酸化合物、硝酸及び硝酸鉄等の硝酸化合物、過塩素酸等の過ハロゲン酸化合物、フェリシアン化カリウム等の遷移金属塩、過硫酸アンモニウム等の過硫酸塩並びにヘテロポリ酸等が挙げられる。

上記加硫剤としては、硫黄（粉末硫黄、沈降硫黄、コロイド硫黄、不溶性硫黄、高分散性硫黄等）、硫黄系化合物（一塩化硫黄、二塩化硫黄等）等が挙げられる。

上記架橋剤としては、パーオキシド（ジクミルパーオキシド、ジ-*t*-ブチルパーオキシド等）、オキシム類（*p*-キノンジオキシム、*p*, *p'*-ジベンゾイルキノンジオキシム等）、ポリアミン類（トリエチレンテトラミン、ヘキサメチレンジアミンカルバメート、4, 4'-メチレンビス-*o*-クロロアニリン等）、変成フェノール樹脂（メチロール基を有するアルキルフェノール樹脂等）等が挙げられる。

上記酸としては、好ましくは有機酸が挙げられる。この有機酸としては、パラトルエンスルホン酸、ドデシルベンゼンスルホン酸、イソプレンスルホン酸、グルコン酸、乳酸、クエン酸、酒石酸、リンゴ酸、グリコール酸、マロン酸、ギ酸、シュウ酸、コハク酸、フマル酸、マレイン酸及びフタル酸等が挙げられる。これらの有機酸は1種のみを用いてもよいし、2種以上を併用することもできる。また、この酸として、硝酸、塩酸及び硫酸等の無機酸も挙げられる。

上記pH調整剤としては、塩酸及び硫酸等の無機酸、又は水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等のアルカリ剤が挙げられる。

上記多価金属イオンとしては、アルミニウム、チタン、バナジウム、クロム、マンガン、鉄、コバルト、ニッケル、銅、亜鉛、ゲルマニウム、ジルコニウム、モリブデン、錫、アンチモン、タンタル、タングステン、鉛及びセリウム等の金属のイオンが挙げられる。これらは1種のみであってもよいし、2種以上の多価金属イオンが併存していてもよい。

上記スクラッチ防止剤が、ビフェノール、ビピリジル、2-ビニルピリジン及び4-ビニルピリジン、サリチルアルドキシム、*o*-フェニレンジアミン及び*m*

ーフェニレンジアミン、カテコール、o-アミノフェノール、チオ尿素、N-アルキル基含有（メタ）アクリルアミド、N-アミノアルキル基含有（メタ）アクリルアミド、複素五員環を有し、骨格を形成する芳香環を有さない複素環化合物（7-ヒドロキシ-5-メチル-1, 3, 4-トリアザインドリジン等）、複素五員環を有し、骨格を形成する芳香環を有する複素環化合物（5-メチル-1H-ベンゾトリアゾール等）、フタラジン、及び3個の窒素原子を含む複素六員環を有する化合物（メラミン、3-アミノ-5, 6-ジメチル-1, 2, 4-トリアジン等）、並びに上記の各々の誘導体等を挙げることができる。特に、このスクラッチ防止剤としては、7-ヒドロキシ-5-メチル-1, 3, 4-トリアザインドリジンが好ましい。また、スクラッチ防止剤としての界面活性剤を用いることもできる。

上記「固化」は、分散媒を除去する（乾燥）工程と、成形する工程との2つの工程を必要とする。この2つの工程は同時に行ってもよく、別々に行ってもよく、更には分散媒をある程度除去した後、成形し、更にその後、分散媒を完全に除去することもできる。この方法は、マトリックス材の性状等に合わせて適宜選択すればよい。また、分散媒を除去した後にこの乾燥物を更に粉砕する工程を設け、その後、細かく粉砕された粉体を成形しても良い。

分散媒の除去は、例えば、開放系に放置して自然に分散媒を蒸発除去することができる。更に、加熱、減圧等を行うことにより分散媒の蒸発を促進させることができる。

また、この分散媒の除去はスプレードライ法により行うこともできる。これにより、分散媒を急激に蒸発させるとともに造粒することもできる。このスプレードライ法は、所定の水系分散体を微細な霧状し、これを熱風中又は真空中に噴出させて、瞬間的に粉状の乾燥粉末（造粒品）を得る方法である。このスプレードライ法を用いることにより、乾燥後に粉砕する工程が省かれると共に、粉体の粒径分布を小さく均一にすることができ、その結果、粉体成形を行う際の金型への充填量が安定し、個々の成形品の重量ばらつきが低減される。また、粉砕品よりも更に均一に分散した造粒粉末を得ることができるので、スプレードライにより得

た粉末を用いる方がより高強度の成形品を得ることができる。更に、研磨体中の粗密のばらつきが抑えられ、研磨毎の研磨性能が安定する。

上記成形は、ある程度以上分散媒が除去された残査（塊状、フレーク状、粉末状、ペレット状等）、又はほぼ完全に分散媒が除去された乾燥粉末（造粒品を含む）をプレス成形、押出し成形、射出成形等することにより行うことができる。

また、分散媒の除去と成形とを同時に行う場合は、所望の型に水系分散体を流し込み、分散媒を上記と同様に除去することで型の形状に固化させることができる。更に、型を使用せず、基材となるフィルム等の表面に直接水系分散体を展開し、その後、分散媒を上記と同様に除去することもできる。

尚、成形時に前記のような各種添加剤を加えても良い。

上記「研磨部」は、機械的及び／又は化学的な研磨効果を有する。本発明の研磨体（例えば板形状、そのうち特に円盤形状）は全体が研磨部から構成されてもよいが、例えば、支持部となる板状体（形状は限定されず、円盤状でも四角形でもよい。）の表面にこの研磨部を備えるものであってもよく、所定形状の細片の研磨部が研磨体の表面に規則的に配置されたもの等であってもよい。この支持部の素材は特に限定されないが、ポリウレタン樹脂（発泡、非発泡を問わない。）
、金属類、不織布等が用いられ、これらのうち、特に柔軟性のあるポリウレタン樹脂、金属類（特にステンレス等）等が好ましい。

本発明の研磨体では、研磨体中に含有させることのできる砥粒の容積率を1～99体積%（更には10～70体積%、特に15～50体積%）とすることができる。また、本発明の研磨体は半導体の研磨に用いることが好ましい。この研磨体により研磨することのできる被研磨体としては、ガラス、シリコン酸化膜、アモルファスシリコン膜、多結晶シリコン膜、単結晶シリコン膜、シリコン窒化膜、純タングステン膜、純アルミニウム膜、或いは純銅膜等の他、タングステン、アルミニウム、銅等と他の金属との合金からなる膜などが挙げられる。その他、タンタル、チタン等の金属の酸化物、窒化物などからなる膜を挙げることができる。

発明の実施するための最良の形態

以下、本発明を実施例及び比較例によりさらに詳しく説明する。但し、これらに限定されるものではない。

<A>マトリックス材として熱可塑性樹脂を用いた場合

[1] 非架橋型研磨体の作製

(1) 水系分散体A～C及び非水系分散体Dの調製

①マトリックス材と砥粒とが分散された水系分散体A

温度調節が可能であり、攪拌機を備えるオートクレーブ中に、表1に示すような各成分を各割合で投入し、75℃で16時間反応させた。その結果、重合転化率95.8%となり、ガラス転移温度50℃であり平均粒径166nmである共重合体（熱可塑性樹脂）が分散された水系熱可塑性樹脂エマルションを得た。尚、平均粒径は大塚電子株式会社製のレーザー粒径解析システムにより測定した（以下、平均粒径は同じ方法により測定した）。

表 1

成分名	成分量 (部)
イオン交換水	240
ブタジエン	14.00
スチレン	71.00
メチレンメタクリレート	12.15
イタコン酸	1.85
アクリル酸	1.00
α-メチルスチレンジイマー	0.10
t-ドデシルメルカプタン	0.40

上記で得られたエマルションを25%水酸化カリウム水溶液により、pH8.5に調節した。その後、水（イオン交換水）を添加し、常温においてスリーワンモーターを用いて攪拌した。更に、加工前粒径が0.3μmの酸化セリウム粉末（CeO₂）を投入した後、1500回転/分で3分間攪拌して水系分散体Aを

得た。

②マトリックス材に砥粒が付着した複合粒子が分散された水系分散体B

容量2リットルのフラスコに、表2に示すような各成分を各割合で投入し、窒素ガス雰囲気において70℃で6時間攪拌して重合させた。これによりカチオン性官能基であるアミノ基と、ポリエチレングリコール鎖を備える官能基と、を有するポリメチルメタクリレート系重合体粒子を含むエマルジョンを得た。重合収率は95%であった。

尚、表2におけるメトキシポリエチレングリコールメタクリレートは新中村化学工業株式会社製、品名「NKエステルM-90G」の#400を用い、アゾ系重合開始剤としては和光純薬株式会社製、品名「V50」を用いた。

表 2

成分名	成分量 (部)
イオン交換水	400
メチルメタクリレート	90.00
メトキシポリエチレングリコールメタクリレート	5.00
4-ビニルピリジン	5.00
アゾ系重合開始剤	2.00

その後、得られたポリメチルメタクリレート系重合体粒子が10質量%含有されるエマルジョンを水酸化カリウムによりpH10に調節した。このエマルジョン中におけるポリメチルメタクリレート系重合体粒子のゼータ電位は+17mVであった。一方、加工前粒径が0.3μmの酸化セリウム粉末が10質量%含有されるように調節した分散体を同様にpH10に調節した。この分散体中における酸化セリウムのゼータ電位は-18mVであった。両者のゼータ電位の差は35mVである。

その後、これらのエマルジョン及び分散体を質量割合で1対1で、容量2リットルのフラスコ内で攪拌混合した。その後、このフラスコ内に3質量部のテトラ

エトキシシランを添加して、25℃で1時間攪拌し、その後、更に40℃で3時間攪拌後、冷却して複合粒子が分散された水系分散体Bを得た。尚、この複合粒子の表面の95%に酸化セリウムが付着していた。

③マトリックス材に砥粒が付着した複合粒子が分散された水系分散体C

容量2リットルのフラスコに、表3に示すように各成分を各割合で投入し、窒素ガス雰囲気において70℃で6時間攪拌して重合させた。これによりカルボキシル基と、ヒドロキシル基と、を有するカルボキシ変性ポリスチレン粒子を含むエマルションを得た。尚、重合収率は95%であり、電導度滴定法により測定したカルボキシル基含量は、カルボキシ変性ポリスチレン粒子内部が40%、表面が50%、水相部が10%であった。

表 3

成分名	成分量 (部)
イオン交換水	400
スチレン	92.00
メタクリル酸	4.00
ヒドロキシエチルアクリレート	4.00
ラウリル硫酸アンモニウム	0.10
過硫酸アンモニウム	0.50

その後、得られたカルボキシ変性ポリスチレン粒子が10質量%含有されるエマルションを硝酸によりpH4に調節した。このエマルション中におけるカルボキシ変性ポリスチレン粒子のゼータ電位は-40mVであった。一方、加工前粒径が0.3μmの酸化セリウム粉末が10質量%含有されるように調節した分散体を同様にpH4に調節した。この分散体中における酸化セリウムのゼータ電位は+20mVであった。両者のゼータ電位の差は60mVである。

その後、これらのエマルション及び分散体を質量割合で1対1で、容量2リットルのフラスコ内で2時間攪拌混合した。その後、このフラスコ内に3質量部のテトラエトキシシランを添加して、25℃で1時間攪拌し、その後、更に40℃

で3時間攪拌後、冷却して複合粒子が分散された水系分散体Cを得た。尚、この複合粒子の表面の90%に酸化セリウムが付着していた。

④マトリックス材と砥粒とが分散された非水系分散体D

①と同様にして得られたエマルションの水系分散媒を蒸発乾燥させた。その後、蒸発乾燥させた水系分散媒と同量のトルエンを添加し、攪拌混合した。この液体に①におけると同量の酸化セリウム粉末を攪拌混合して非水系分散体Dを得た。尚、酸化セリウム粉末の添加とともに粘度が上昇し、途中で攪拌を行うことができなくなった。

(2) 成形

(1) で得られた水系分散体A～C及び非水系分散体Dを各々ポリエチレンフィルムに薄く広げて、常温で48時間放置・乾燥させてフレーク物を得た。得られたフレーク物を各々モールドプレスにより直径30cm、厚さ3mmの円盤状の研磨体A～Dを得た。尚、研磨体A～Cは本発明品であり、研磨体Dは比較品である。

[2] 砥粒の分散性の評価及び研磨体A～Dの評価

(1) 砥粒の分散性評価

水系分散体A～Dの分散媒を除去した後、得られた残査を透過型電子顕微鏡により拡大し、撮影した電子顕微鏡写真において、砥粒50個の最大径を各々測定し、この測定値の平均値である平均最大径を算出した。この結果を表4に示す。

(2) 研磨性能の評価

①研磨速度の測定

研磨体A～Dを各々研磨装置（ラップマスターSTF社製、形式「LM-15」）の定盤に張り付けて水のみを1分間に150ccずつ供給しながら4cm四方の熱酸化膜ウエハを研磨した。尚、その他の研磨条件はテーブル回転数；50rpm、ヘッド回転数；50rpm、研磨圧力；350g/cm²、研磨時間；2分において行った。この結果より下記式(1)を用いて研磨速度を算出した。

研磨速度 (Å/分) = (研磨前の酸化膜の厚さ - 研磨後の酸化膜の厚さ) / 研磨時間 (1)

②スクラッチの評価

①で研磨したウエハの表面を目視により観察し、評価した。この結果を表4に併記する。尚、表4における「なし」はスクラッチが目視により全く発見されないことを意味する。また、「無数」とはスクラッチが目視により無数に認められたことを意味する。

表 4

	研磨体A (実施例)	研磨体B (実施例)	研磨体C (実施例)	研磨体D (比較例)
一次粒径 (μm)	0.3			
二次粒径 (μm)	0.3	0.3	0.4	2.0
研磨速度 ($\text{\AA}/\text{min}$)	2000	1800	1700	1800
スクラッチ	なし	なし	なし	無数

表4の結果より、加工前の粒径が0.3 μm であったのに対して、研磨体として成形する直前の状態での粒径は0.3～0.4 μm であった。即ち、平均粒径の1～1.3倍であり、研磨体中においても加工前の粒径からほとんど変化することなく含有されていることが予測される。一方、本発明外である研磨体Dにおいては、加工前の粒径が0.3 μm であるのに対して、研磨体として成形する直前の状態での粒径は2.0 μm であった。即ち、平均粒径の7.3倍であり、研磨体D内においても砥粒は大きく凝集していることが予測される。また、研磨体A～Cの研磨体で研磨したウエハには目視により確認できるスクラッチは認められなかった。これに対して、研磨体Dでは無数のスクラッチが認められた。

マトリックス材として熱硬化性樹脂を用いた場合

[1] 架橋型研磨体の作製

(1) 水系分散体E～Gの調整

(a) 水系熱硬化性樹脂 a

旭電化工業株式会社製水性エポキシ樹脂「EM101-50」、固形分濃度；50質量%）を用いた。

(b) 水系熱可塑性樹脂 b

上記実施例1で調製した水系熱可塑性樹脂エマルジョン固形分濃度；48質量%）を用いた。

①熱硬化性樹脂系マトリックス材と砥粒とが分散された水系分散体E

水系熱硬化性樹脂aに25%水酸化カリウム水溶液により、pH8.5に調節した。その後、水（イオン交換水）を添加し、常温においてスリーワンモーターを用いて攪拌した。更に、加工前粒径が $0.3\mu\text{m}$ の酸化セリウム粉末（ CeO_2 ）を投入した後、硬化剤「EH-3615S」を投入し、600回転/分で3分間攪拌して水系分散体Eを得た。

②熱硬化性樹脂系と熱可塑性樹脂系とを併用したマトリックス材と砥粒とが分散された水系分散体F

水系熱硬化性樹脂aに水系熱可塑性樹脂b及び水（イオン交換水）を添加し、常温にて攪拌した。この水系熱硬化性樹脂aと水系熱可塑性樹脂bの固形分濃度の割合は、両者の合計に対して水系熱硬化性樹脂aが50質量%である。

その後、25%水酸化カリウム水溶液により、pH8.5に調節した。更に、加工前粒径が $0.3\mu\text{m}$ の酸化セリウム粉末（ CeO_2 ）を投入した後、上記硬化剤「EH-3615S」を投入し、600回転/分で3分間攪拌して水系分散体Fを得た。

③熱可塑性樹脂と砥粒とが分散された水系分散体G

水系熱可塑性樹脂bに水（イオン交換水）を添加し、常温にて攪拌した。その後、25%水酸化カリウム水溶液により、pH8.5に調節した。更に、加工前粒径が $0.3\mu\text{m}$ の酸化セリウム粉末（ CeO_2 ）を投入した後、600回転/分で3分間攪拌して水系分散体Gを得た。

(2) 成形

(1) で得られた水系分散体E～Gを各々ポリエチレンフィルムに薄く広げて、常温で48時間放置・乾燥させてフレーク物を得た。得られたフレーク物を各

々モールドプレスにより直径30 cm、厚さ3 mmの円盤状の研磨体E～Gを得た。尚、研磨体E、Fは発明品（実施例品）であり、研磨体Gは比較例品である。

〔2〕切削加工性の評価及び研磨体E～Gの評価

（1）切削加工

直径30 cm、厚さ3 mmの円盤状の研磨体の表面精度を上げるために、表面に切削加工を施した。切削にはマシニングセンターを用いて切削刃には、エンドミルを用いた。切り込み量を0.02 mmとして、送り速度を100 mm/分で行った。

（2）切削加工性の評価

切削前後の研磨速度の比較で切削加工性の評価を行った。研磨体A～Cを各々研磨装置（ラップマスターSTF社製、形式「LM-15」）の定盤に貼り付けて水のみを1分間に150 ccずつ供給しながら4 cm四方の熱酸化膜ウェハを研磨した。尚、その他の研磨条件はテーブル回転数；50 rpm、ヘッド回転数；50 rpm、研磨圧力；350 g/cm²、研磨時間2分において行った。また、ドレッシング条件は、ドレッサーの番手；#100、テーブル回転数；30 rpm、ヘッド回転数；30 rpm、ドレッシング圧力；300 g/cm²、ドレッシング時間；10分で行った。

この結果より、下記式（1）を用いて研磨速度を算出した。

研磨速度（Å/分）＝（研磨前の酸化膜の厚さ－研磨後の酸化膜の厚さ）／研磨時間... (1)

研磨結果を表5に示す。

表 5

	単位	研磨体E (熱硬化性樹脂)		研磨体F (熱硬化性樹脂+ 熱可塑性樹脂)		研磨体G (熱可塑性樹脂)	
		非切削	切削	非切削	切削	非切削	切削
厚みばらつき (最大)	□	110	25	100	20	100	20
研磨速度; ドレッシングなし	Å/分	1100	1300	1000	1300	1000	250
研磨速度; ドレッシングあり	Å/分	1100	1500	1000	1500	1000	25

表5の結果より、研磨体E～Gともに研磨体全体の厚みばらつきは目的通り小さくなっている。また、研磨速度は、研磨体E、Fは切削品の方が非切削品より大きな値になっているのに対して、比較例品である研磨体Gは切削品の研磨レートはかなり小さな値になった。これは、研磨体E、Fは切削することにより、厚みのばらつきが小さくなったためである。一方、比較例品である研磨体Gでは、厚みばらつきは小さくなっているが、切削時の熱により研磨体表面が若干溶融し、表面がやや変質したためであると考えられる。一方、発明品である研磨体E、Fの表面の変質は認められなかった。

<C>スプレードライ法を用いた実施例

実施例1で用いた水系分散体Aを使用して、以下の運転条件においてスプレードライ法を行って、平均粒 $60\mu\text{m}$ の造粒粉体を得た。

スプレードライ法の条件;

使用機器; 大川原化工機(株)製「OC-16」、噴霧盤直径; 65mm、入口温度; 160℃、出口温度; 65℃、噴霧盤回転数; 15,000rpm、原液処理量; 12kg/h

この乾燥粉末を用いてパウダープレスを行い成形し、研磨体Hを得た。

この研磨体Hの曲げ強度を以下に示す方法において試験した結果、同様に測定した前記研磨体Eの曲げ強度は 130kgf/cm^2 であったが、研磨体Hは 330kgf/cm^2 であった。両者を比較すると、曲げ強度の点で研磨体Hが優

れていることが判る。

（試験方法）；インストロン万能型材料試験機 4 2 0 4 を用いて A S T M 6 3 8 に準拠して試験を行った。

請 求 の 範 囲

1. マトリックス材と砥粒とが各々分散されて含まれている水系分散体が固化されてなる研磨部を備えることを特徴とする研磨体。
2. 半導体の研磨に用いられる請求項 1 に記載の研磨体
3. マトリックス材に砥粒が付着した複合粒子が分散されて含まれている水系分散体が固化されてなる研磨部を備えることを特徴とする研磨体。
4. 上記水系分散体には、更にマトリックス材及び／又は砥粒が分散されて含まれている請求項 3 に記載の研磨体。
5. マトリックス材と砥粒とは、各ゼータ電位が逆符号であり、該ゼータ電位の差が 5 mV 以上である請求項 3 に記載の研磨体。
6. 半導体の研磨に用いられる請求項 3 に記載の研磨体
7. 架橋可能な重合体からなるマトリックス材と砥粒とが各々分散されて含まれている水系分散体が固化されてなり、且つ架橋構造を有する研磨部を備えることを特徴とする研磨体。
8. 半導体の研磨に用いられる請求項 7 に記載の研磨体
9. 架橋可能な重合体からなるマトリックス材に砥粒が付着した複合粒子が分散されて含まれている水系分散体が固化されてなり、且つ架橋構造を有する研磨部を備えることを特徴とする研磨体。
10. マトリックス材と砥粒とは、各ゼータ電位が逆符号であり、該ゼータ電位の差が 5 mV 以上である請求項 9 に記載の研磨体。
11. 半導体の研磨に用いられる請求項 9 に記載の研磨体

補正書の請求の範囲

[2001年11月9日(09.11.01)国際事務局受理:
出願当初の請求の範囲1, 4, 9及び12は補正された;新しい請求の範囲
2, 5, 10及び13が加えられた;他の請求の範囲は変更なし。(2頁)]

1. マトリックス材と砥粒とが各々分散されて含まれている水系分散体から分散媒を除去して得られた残渣又は乾燥粉末を所定形状に成形して得られた研磨部を備えることを特徴とする研磨体。

2. 上記分散媒を除去する方法はスプレードライ法である請求項1記載の研磨体。

3. 半導体の研磨に用いられる請求項1に記載の研磨体

4. マトリックス材に砥粒が付着した複合粒子が分散されて含まれている水系分散体から分散媒を除去して得られた残渣又は乾燥粉末を所定形状に成形して得られた研磨部を備えることを特徴とする研磨体。

5. 上記分散媒を除去する方法はスプレードライ法である請求項4記載の研磨体。

6. 上記水系分散体には、更にマトリックス材及び/又は砥粒が分散されて含まれている請求項4に記載の研磨体。

7. マトリックス材と砥粒とは、各ゼータ電位が逆符号であり、該ゼータ電位の差が5mV以上である請求項4記載の研磨体。

8. 半導体の研磨に用いられる請求項4に記載の研磨体

9. 架橋可能な重合体からなるマトリックス材と砥粒とが各々分散されて含まれている水系分散体から分散媒を除去して得られた残渣又は乾燥粉末を所定形状に成形して得られ、且つ、この分散媒の乾燥工程中又はこの成形中又は成形後に架橋させて得られたものであり、架橋構造を有する研磨部を備えることを特徴とする研磨体。

10. 上記分散媒を除去する方法はスプレードライ法である請求項9記載の研磨体。

11. 半導体の研磨に用いられる請求項9に記載の研磨体

12. 架橋可能な重合体からなるマトリックス材に砥粒が付着した複合粒子が分散されて含まれている水系分散体から分散媒を除去して得られた残渣又は乾燥粉末を所定形状に成形して得られ、且つ、この分散媒の乾燥工程中又はこの成形中

又は成形後に架橋させて得られたものであり、架橋構造を有する研磨部を備えることを特徴とする研磨体。

13. 上記分散媒を除去する方法はスプレードライ法である請求項12記載の研磨体。

5 14. マトリックス材と砥粒とは、各ゼータ電位が逆符号であり、該ゼータ電位の差が5 mV以上である請求項12記載の研磨体。

15. 半導体の研磨に用いられる請求項12に記載の研磨体

条約第19条(1)に基づく説明書

請求の範囲第1項、第4項、第9項及び第12項は、研磨部が所定の水系分散体から分散媒を除去して得られた残渣又は乾燥粉末を所定形状に成形して得られたものであることを明確にした。

引用例(JP 2-262965号)は、通電させて電気泳動によって導電性基材(電極)表面に被覆層(砥粒及び樹脂製結合剤からなる。)を形成固化させるものである。即ち、製造される研磨材は、導電性基材からなる芯を有し、この基材の表面に電気泳動により形成された被覆層を備えるものである。

また、他の引用例(JP 2000-301461号)は、重力により沈降させることが特徴となっている。

更に、他の引用例(JP 10-6231号、JP 6-254769号、JP 3-281172号、JP 11-198045号)は、いずれも、水系でマトリックス材と砥粒とが各々分散されて含まれている水系エマルジョンを用いるものではない。尚、引用例(JP 6-254769号)は、結合材としてエチレン-酢酸ビニル共重合体等とエチレン系共重合体エマルジョンとを用いることに特徴があるものであり、エチレン系共重合体エマルジョンを用いている。しかし、この場合においても、砥粒と樹脂成分(結合材)との配合物は、水系エマルジョンを構成しているものではない。

一方、本発明の研磨体は、所定の水系分散体から分散媒を除去して得られた残渣又は乾燥粉末を所定形状に成形して得られた研磨部を備えるものであり、上記各引用例とは、その製造方法が異なるものである。従って、本発明の研磨体は、マトリックス相中に砥粒が極めて良好に分散されているため、研磨性能が安定しており、スクラッチを効果的に低減できる。

請求の範囲第2項、第5項、第10項及び第13項は、スプレードライ法で分散媒を除去して研磨部を製造することを特徴としている。しかし、上記全ての引用例には、スプレードライ法で乾燥させることは開示されていない。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/JP01/04483

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl.⁷ B24D3/20, B24D3/00, 340

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl.⁷ B24D3/20, B24D3/00, 340

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1920-2001 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2001
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2001 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2001

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2-262965 A (Yasuhiro TANI),	1-6
Y	25 October, 1990 (25.10.90),	7-11
	Claims; Fig. 1 (Family: none)	
X	JP 10-6231 A (Denshi Shizai Kaihatsu Kenkyusho K.K.),	1
Y	13 January, 1998 (13.01.98),	2-4, 6-9, 11
A	page 2, column 2, lines 13 to 36; Fig. 3 (Family: none)	5, 10
Y	JP 6-254769 A (Taoka Chemical Company, Limited),	7-11
A	13 September, 1994 (13.09.94),	1-6
	page 4, column 5, lines 2 to 7 (Family: none)	
Y	JP 3-281172 A (Mitsubishi Heavy Industries, Ltd.),	3, 4, 9
	11 December, 1991 (11.12.91),	
	Full text (Family: none)	
A	JP 11-198045 A (Tosoh Corporation),	1-11
	27 July, 1999 (27.07.99),	
	page 5, column 8, lines 33 to 49 (Family: none)	

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier document but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
28 August, 2001 (28.08.01)

Date of mailing of the international search report
11 September, 2001 (11.09.01)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/04483**C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
EA	JP 2000-301461 A (Nippei Toyama Corporation), 31 October, 2000 (31.10.00), Claims (Family: none)	1-11

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ B24D3/20, B24D3/00 (340)

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ B24D3/20, B24D3/00 340

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1920-2001年

日本国公開実用新案公報 1971-2001年

日本国実用新案登録公報 1996-2001年

日本国登録実用新案公報 1994-2001年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X Y	J P 2-262965 A (谷 泰弘), 25. 10月. 1990 (25. 10. 90), 特許請求の範囲, 第1図 (ファミリーなし)	1-6 7-11
X Y A	J P 10-6231 A (株式会社電子資材開発研究所), 13. 1月. 1998 (13. 01. 98), 第2頁第2欄第13行-第36行, 第3図 (ファミリーなし)	1 2-4, 6-9, 11 5, 10
Y A	J P 6-254769 A (田岡化学工業株式会社), 13. 9月. 1994 (13. 09. 94), 第4頁第5欄第2行-第7	7-11 1-6

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

28. 08. 01

国際調査報告の発送日

11.09.01

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

田村 耕作



3C

9618

電話番号 03-3581-1101 内線 3324

C (続き). 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
	行 (ファミリーなし)	
Y	JP 3-281172 A (三菱重工業株式会社), 11. 1 2月. 1991 (11. 12. 91), 全文 (ファミリーなし)	3, 4, 9
A	JP 11-198045 A (東ソー株式会社), 27. 7 月. 1999 (27. 07. 99), 第5頁第8欄第33行-第4 9行 (ファミリーなし)	1-11
EA	JP 2000-301461 A (株式会社日平トヤマ), 3 1. 10月. 2000 (31. 10. 00), 特許請求の範囲 (フ ァミリーなし)	1-11